

Термическая стабильность субмикроструктурной структуры, сформированной методом «сдвиг под давлением» в Ni и сплаве Ni–2 % Cr

© 2023

Карамышев Константин Юрьевич, инженер лаборатории прецизионных сплавов и интерметаллидов
Институт физики металлов имени М.Н. Михеева Уральского отделения РАН, Екатеринбург (Россия)

E-mail: karamyshev.imp@mail.ru

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-1752-2284>

Поступила в редакцию 23.06.2023

Принята к публикации 21.11.2023

Аннотация: Основной проблемой субмикроструктурных (СМК) материалов, сформированных в результате большой пластической деформации, является их термическая стабильность. Большая запасенная энергия и формирование в структуре сильно разориентированных микрокристаллитов ведет к уменьшению температуры начала рекристаллизации и, как следствие, возможно, к снижению стабильности структуры. В работе проведена большая пластическая деформация методом «сдвиг под давлением», а также отжиг чистого никеля и его сплава, содержащего 2 ат. % хрома. Исследование структуры как деформированного, так и отожженного материала осуществляли методами сканирующей и просвечивающей электронной микроскопии. Анализ зависимости твердости от квадратного корня из истинной деформации совместно с анализом структурных изменений позволил выделить границы стадий структурных состояний. Запасенную при деформации энергию оценивали с помощью дифференциально-сканирующей калориметрии по количеству поглощенной тепловой энергии. Исследовано поведение материалов при отжиге в зависимости от запасенной энергии деформации на стадии СМК-структуры. В чистом никеле выделены три стадии структурных состояний: ячеистой, смешанной и СМК-структуры, тогда как в сплаве, содержащем 2 ат. % Cr, стадия ячеистой структуры не зафиксирована. Обнаружено снижение запасенной энергии деформации на стадии СМК-структуры для обоих материалов. Легирование никеля 2 ат. % хрома повышает термическую стабильность, что проявляется в повышении температуры начала интенсивного роста зерна на 150 °С. Величина запасенной энергии деформации оказывает влияние на рост зерна в сплаве с содержанием хрома 2 ат. %, тогда как в чистом никеле влияние не зафиксировано. В сплаве Ni–Cr большая запасенная энергия соответствует большему размеру рекристаллизованного зерна.

Ключевые слова: никель; сплав Ni–Cr; сдвиг под давлением; субмикроструктурная структура; запасенная энергия деформации.

Благодарности: Работа выполнена в рамках государственного задания Минобрнауки России (тема «Давление», № 122021000032-5).

Автор благодарит сотрудников Института физики металлов имени М.Н. Михеева УрО РАН: кандидата физико-математических наук, заведующего лабораторией физики высоких давлений В.П. Пилюгина за проведение деформации, а также доктора технических наук, заведующего отделом прецизионной металлургии и технологий обработки давлением М.В. Дегтярева за обсуждения результатов.

Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП «Испытательный центр нанотехнологий и перспективных материалов» ИФМ УрО РАН.

Статья подготовлена по материалам докладов участников XI Международной школы «Физическое материаловедение» (ШФМ-2023), Тольятти, 11–15 сентября 2023 года.

Для цитирования: Карамышев К.Ю. Термическая стабильность субмикроструктурной структуры, сформированной методом «сдвиг под давлением» в Ni и сплаве Ni–2 % Cr // Frontier Materials & Technologies. 2023. № 4. С. 41–51. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-4.

ВВЕДЕНИЕ

Развитие промышленности требует создания новых материалов с уникальными физико-механическими свойствами. Одним из подходов к достижению данных свойств является формирование в этих материалах субмикроструктурных (СМК) и нанокристаллических (НК) структурных состояний, для получения которых можно использовать большую пластическую деформацию (БПД) [1; 2], в частности сдвиг под высоким квазигидростатическим давлением (СПД) [3; 4]. Формирование структуры напрямую зависит от энергии дефекта упаковки (ЭДУ) исследуемых материалов. Так, в материалах со средней ЭДУ в процессе деформации при комнатной температуре эволюция

структуры представляется тремя последовательными стадиями: ячеистой, смешанной и СМК-структуры [1; 5; 6]. Структура ячеистого типа формируется благодаря движению дислокаций. На второй стадии, наряду с дислокационным механизмом, проявляются ротационные моды деформации, которые приводят к образованию отдельных микрокристаллитов [7]. В такой структуре присутствуют как высоко-, так и малоугловые границы, ее принято называть смешанной структурой [8]. И наконец, на последней стадии структура состоит исключительно из микрокристаллитов – это стадия СМК-структуры. В материалах с высокой ЭДУ при СПД стадия ячеистой структуры не фиксируется, после малых углов поворота наковальни возникает смешанная структура [9].

Наличие СМК-структуры приводит к значительному (примерно на 150 °С) снижению температуры рекристаллизации, что может ассоциироваться со снижением термической стабильности структуры [10]. С другой стороны, в [11–13] показано, что измельчение элементов структуры ниже некоторого критического размера приводит к повышению термической стабильности. В работах [14; 15] установлено, что формирование структуры сотового типа в результате рекристаллизации СМК-структуры придает материалу высокую термическую стабильность. СМК-структура может быть получена в поверхностном слое материала при его фрикционной обработке [16]. Такая обработка сталей мартенситного и аустенитного класса задерживает разупрочнение (на 200–300 °С) поверхностного слоя материала [17].

Другой характеристикой термической стабильности служит скорость роста зерна при рекристаллизации. Понизить скорость роста зерен можно путем легирования с образованием твердого раствора. Важно при этом ограничить содержание легирующего элемента с целью недопущения такого уменьшения ЭДУ, которое привело бы к смене механизма деформации.

На рекристаллизацию также влияет накопленная энергия деформации [18]. В ряде материалов БПД может привести к развитию релаксационных процессов, таких как динамический возврат и динамическая рекристаллизация [3; 5; 19]. В результате этих процессов при увеличении истинной деформации может наблюдаться снижение запасенной энергии деформации, а следовательно, уменьшение движущей силы рекристаллизации.

Цель работы – изучение влияния легирования Ni–2 ат. % Cr на формирование СМК-структуры, величину накопленной энергии при деформации СПД, а также на термическую стабильность полученной структуры при нагреве.

МЕТОДИКА ПРОВЕДЕНИЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

Для проведения исследования были выбраны монокристаллический никель (99,98 мас. % Ni) и поликристаллический однофазный сплав Ni–Cr с содержанием хрома 2 ат. % (Ni–2Cr). Образцы имели диаметр 5 мм и толщину 0,3 мм. Их деформировали СПД в наковальнях Бриджмена при комнатной температуре под давлением 8 ГПа осадкой и с поворотом наковальни: для Ni – от 15° до 7 оборотов, а для Ni–2Cr – от 15° до 10 оборотов. Расчет истинной деформации проводился по формуле

$$e = \ln \left(1 + \left(\frac{\varphi r}{h_i} \right)^2 \right)^{\frac{1}{2}} + \ln \left(\frac{h_0}{h_i} \right),$$

где φ – угол поворота наковальни, рад.;

r – радиус от центра образца, мм;

h_0 – толщина образца до деформации, мм;

h_i – толщина образца после деформации на i -радиусе, мм.

Твердость исследованных материалов измеряли после деформации с помощью прибора МЕТОЛАБ 502 при нагрузке 0,5 Н по двум взаимно перпендикулярным диаметрам образца с шагом 0,25 мм. Значения твердости усредняли по интервалам истинной деформации

$\Delta e=0,4$. Границы стадий деформации определяли по точкам перегиба на зависимости твердости от квадратного корня из истинной деформации $H=f(e^{1/2})$ в соответствии с методикой, изложенной в [20]. Для оценки механических свойств нано- и субмикроструктурных материалов в качестве напряжения течения использовали значения твердости, как обосновано в работе [21]. Перед измерением твердости образцы подвергали шлифовке и электролитической полировке.

Калориметрические исследования проводили с помощью термоанализатора STA 449 F3 со скоростью нагрева 20 °С/мин в интервале температур 25–1000 °С. Проводили два последовательных нагрева в одинаковом диапазоне температур с охлаждением образца до комнатной температуры после каждого нагрева. При первом нагревании на кривых регистрировали пики тепловыделения. Температуры пиков определяли методом секущих, а величину выделившейся тепловой энергии – как площадь под пиком. Далее данную энергию ассоциировали с запасенной энергией деформации [22]. Повторный нагрев проводили для того, чтобы убедиться, что процесс выделения тепла был необратимым. Погрешность при определении величины выделившейся энергии при калориметрических измерениях не превышала 2,5 %.

Отжиг образцов проводили в вакуумной печи при следующих температурах: для Ni – 200–350 °С с шагом 50 °С в течение 1 ч; для Ni–2Cr – 200–400 °С с шагом 100 °С в течение 1 ч. Для отжига выбрали образцы с максимальной запасенной энергией (для Ni – $e=7,0$, а для Ni–2Cr – $e=9,3$, что соответствует повороту наковальни на 2 и на 10 оборотов) и образцы с СМК-структурой, в которых не достигнут максимум запасенной энергии (для чистого никеля – с поворотом наковальни на 7 оборотов ($e=8,3$), а для Ni–2Cr – на 5 оборотов ($e=8,5$)).

Полученные структуры оценивали при помощи сканирующих электронных микроскопов QUANTA 200 и TESCAN MIRA и просвечивающего электронного микроскопа JEM200CX. С помощью сканирующей электронной микроскопии (СЭМ) исследовали структуру на расстоянии 1,0 мм от центра образцов. По результатам СЭМ определяли спектры углов разориентировки, размеры зерен. С помощью просвечивающей электронной микроскопии исследовали структуру на расстояниях 1,5 мм от центра образцов. Размеры элементов структуры (дислокационных ячеек, микрокристаллитов и рекристаллизованных зерен) определяли по светлопольным изображениям, а также по темнопольным изображениям в рефлексе типа {111} по результатам более 400 измерений, что обеспечивало погрешность менее 10 %.

Обработку результатов проводили с использованием программы STATISTICA.

РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ

На рис. 1 представлен график зависимости твердости от истинной деформации исследуемых материалов. Видно, что легирование 2 % Cr лишь незначительно влияет на деформационное упрочнение Ni в области относительно малых деформаций (до $e=6$). При $e>6$ легирование обеспечивает повышение коэффициента

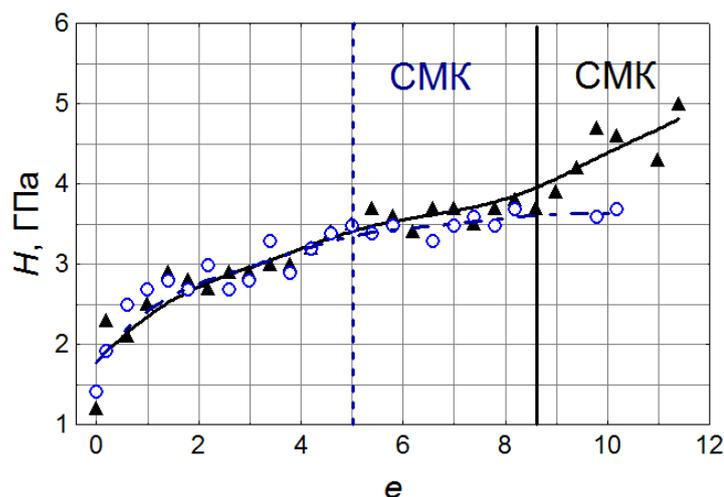


Рис. 1. Зависимость твердости от истинной деформации: \circ – чистый Ni; \blacktriangle – сплав Ni–2Cr
 Fig. 1. Microhardness dependence on true strain: \circ – pure Ni; \blacktriangle – Ni–2Cr alloy

роста твердости, в Ni же фиксируется стабилизация твердости после $e=5$.

Для выделения стадий деформации в исследованных материалах были получены зависимости, приведенные на рис. 2. Для чистого Ni было выделено 3 стадии, их смена происходит при $e=0,8$ и $e=5$. Для сплава, содержащего 2% Cr, получено всего 2 стадии, переход от одной стадии к другой в Ni–2Cr произошел при $e=8,5$.

На рис. 3 представлены структуры чистого Ni и сплава Ni–2Cr, деформированных в настоящей работе. Видно, что эволюция структуры чистого никеля проходит через три этапа. Сначала формируется структура ячеистой типа до $e=0,8$ (рис. 3 а). В промежутке $0,8 < e < 5$ в структуре формируются отдельные микрокристаллиты с высокоугловыми границами, что является признаком структуры смешанного типа (рис. 3 б). А после $e=5$ в структуре присутствуют исключительно микрокристаллиты, что является признаком достижения СМК-структуры (рис. 3 в). В отличие от чистого никеля, в Ni–2Cr стадия ячеистой структуры не была зафиксирована, поэтому в данном сплаве выделена

только одна граница, при которой смешанная структура сменяется СМК-структурой при $e=8,5$ (рис. 3 д, 3 е).

На рис. 4 приведена зависимость среднего размера элементов структуры от истинной деформации. Установлено, что легирование хромом в количестве 2% не приводит к уменьшению размеров микрокристаллитов в однофазном сплаве Ni–2Cr по сравнению с чистым никелем: после $e=9$ средний размер микрокристаллитов в обоих случаях составляет $(0,14 \pm 0,01)$ мкм. Видно, что выход зависимостей, приведенных на рис. 4, на насыщение по измельчению характерен для обоих исследованных материалов.

На рис. 5 видно, что запасенная энергия (E) в исследуемых материалах непрерывно возрастает с увеличением деформации до $e=7$ в чистом Ni и $e=9$ в Ni–2Cr, а при продолжении деформации на стадии СМК-структуры в обоих материалах снижается. Таким образом, максимальная запасенная энергия зафиксирована после деформации $e=7,0$ для Ni и $e=9,3$ для Ni–2Cr, что соответствует поворотам наковальни на 2 и на 10 оборотов.

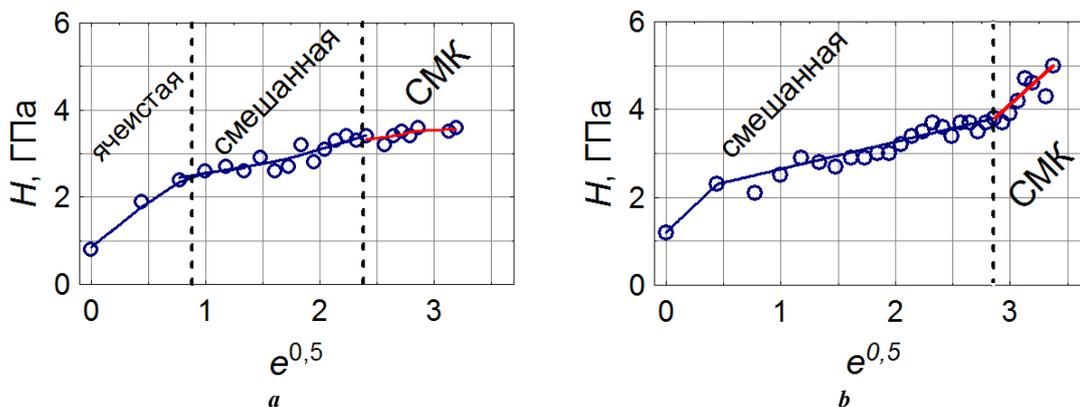


Рис. 2. График зависимости твердости от квадратного корня из истинной деформации:
 а – чистый Ni; б – сплав Ni–2Cr

Fig. 2. Diagram of microhardness dependence on the square root of true strain: a – pure Ni; b – Ni–2Cr alloy

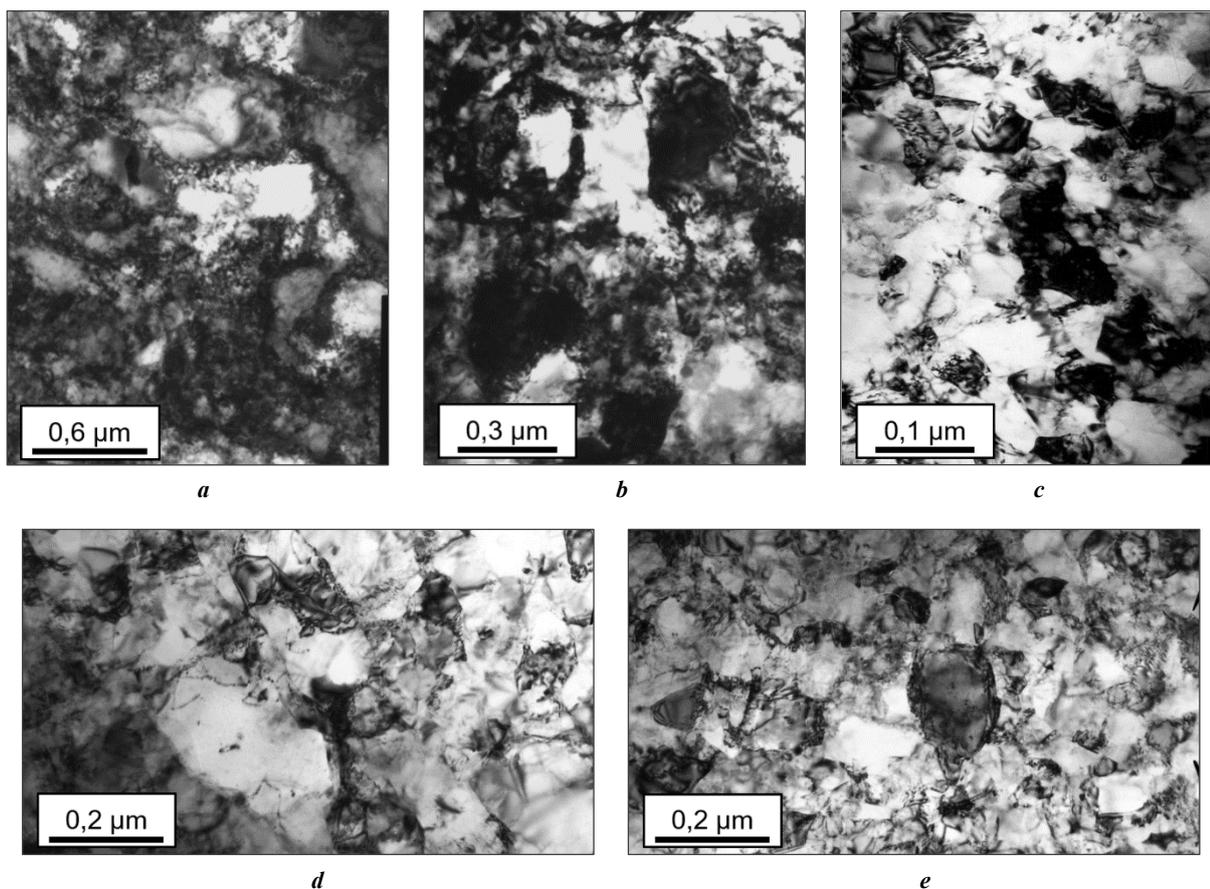


Рис. 3. Тонкая структура чистого никеля и сплава Ni–2Cr, деформированных СПД:
a – Ni, $e=0,3$; *b* – Ni, $e=4,2$; *c* – Ni, $e=6,9$; *d* – Ni–2Cr, $e=4,0$; *e* – Ni–2Cr, $e=8,6$
Fig. 3. Fine structure of pure nickel and Ni–2Cr alloy deformed by high-pressure torsion:
a – Ni, $e=0.3$; *b* – Ni, $e=4.2$; *c* – Ni, $e=6.9$; *d* – Ni–2Cr, $e=4.0$; *e* – Ni–2Cr, $e=8.6$

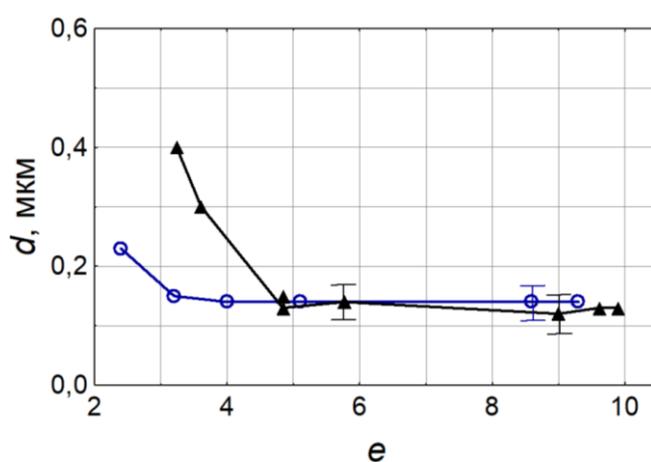


Рис. 4. Зависимость среднего размера элементов структуры от истинной деформации:
 ○ – чистый Ni; ▲ – сплав Ni–2Cr
Fig. 4. Dependence of average size of structural elements on true strain:
 ○ – pure Ni; ▲ – Ni–2Cr alloy

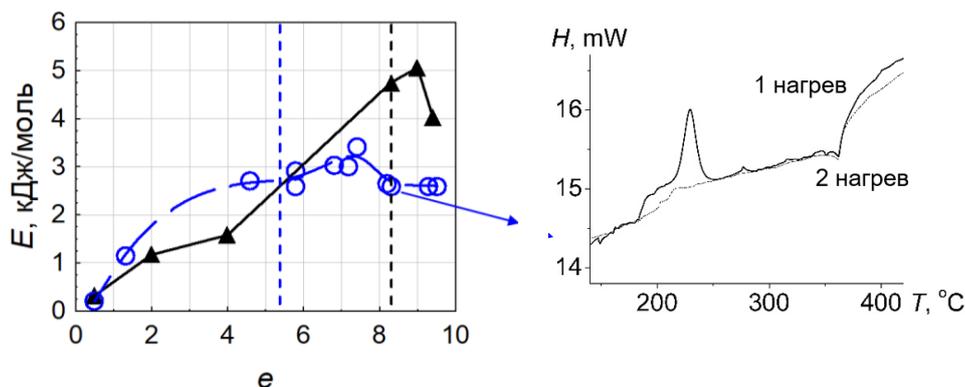


Рис. 5. Зависимость запасенной энергии деформации от истинной деформации: \circ – чистый Ni; \blacktriangle – сплав Ni–2Cr; на вставке пример ДСК (дифференциальной сканирующей калориметрии) кривой для Ni, деформированного на 5 оборотов наковальни

Fig. 5. Dependence of stored strain energy on true strain: \circ – pure Ni; \blacktriangle – Ni–2Cr alloy; the inset shows an example of a DSC (differential scanning calorimetry) curve for Ni deformed by 5 anvil revolutions

На рис. 6 приведены изображения структуры чистого никеля после деформации и отжига. Отжиг чистого никеля при 150 °C приводит к началу рекристаллизации (рис. 6 а). Средний размер элементов структуры – 0,2 мкм. Повышение температуры отжига до 200 °C приводит к завершению рекристаллизации (рис. 6 б). Средний размер рекристаллизованных зерен составляет 6 мкм, тогда как максимальный размер рекристаллизованных зерен около 40 мкм. После отжига при 300 °C наблюдается уменьшение среднего размера рекристаллизованных зерен до 5,5 мкм, по-видимому, благодаря появлению зародышей по механизму термической активации (рис. 6 с). При температуре отжига 350 °C скорость роста зерен становится больше скорости зарождения новых центров рекристаллизации (рис. 6 д), и средний размер зерна вновь растет.

На рис. 7 видно, что в никеле средний размер зерна, полученного в результате отжига материала с максимальной (2 оборота) и более низкой (7 оборотов) запасенной энергией деформации, практически одинаковый. Температура начала быстрого роста зерна также не зависит от величины деформации (запасенной энергии). Таким образом, влияния различия запасенной энергии деформации на рекристаллизацию в чистом никеле с СМК-структурой не обнаружено.

В сплаве Ni–2Cr после отжига при 200 °C присутствуют отдельные рекристаллизованные зерна размером около 0,7 мкм (рис. 8 а, 8 б). Средний размер элементов структуры не сильно изменился относительно размера микрокристаллитов в деформированном состоянии и составляет $(0,16 \pm 0,03)$ мкм. Это показывает, что количество рекристаллизованных зерен невелико.

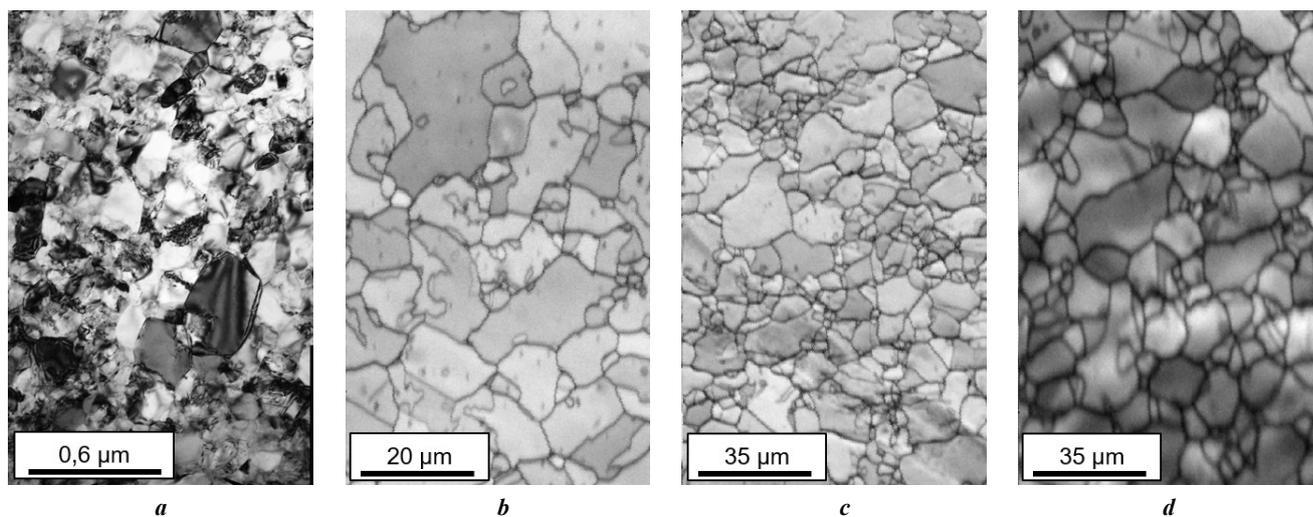


Рис. 6. Электронно-микроскопические изображения структуры чистого никеля, деформированного с $e=7$ (2 оборота наковальни), и последующего отжига при: **a** – 150 °C; **b** – 200 °C; **c** – 300 °C; **d** – 350 °C

Fig. 6. Electron microscope images of the structure of pure nickel deformed with $e=7$ (2 anvil revolutions) and following annealing at: **a** – 150 °C; **b** – 200 °C; **c** – 300 °C; **d** – 350 °C

Таким образом, рекристаллизация в данном материале только начинается при температуре 200 °С.

В свою очередь, отжиг при 300 °С показывает, что в сплаве Ni-2Cr рекристаллизация протекает более полно после деформации с $\epsilon=9,3$ (10 оборотов наковаляни, рис. 8 с). При этом в образце, который был деформирован сдвигом под давлением на 5 оборотов, сохраняется большая доля нерекристаллизованной матрицы (рис. 8 d). В структуре наблюдаются большие

участки деформированной структуры, а также отдельные зерна размером более 1 мкм, в которых отсутствуют дислокации. На СЭМ-изображениях видно, что отжиг привел к формированию бимодальной структуры (рис. 9). Средний размер элементов структуры для обеих обработок близок: 1,2 мкм после деформации с $\epsilon=8,5$ и 0,8 мкм с $\epsilon=9,3$, тогда как максимальный размер отличается в 2 раза и составляет 5 и 9 мкм соответственно.

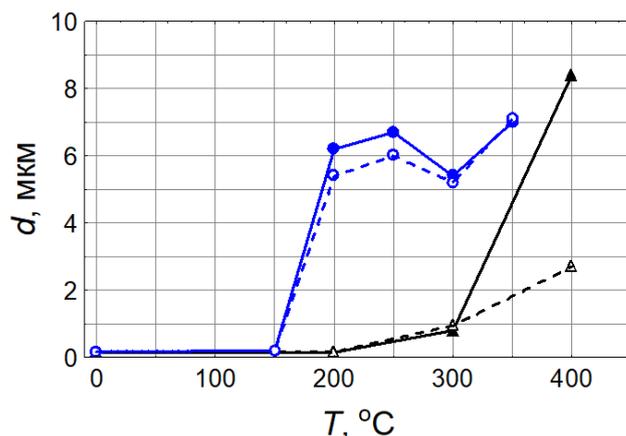


Рис. 7. Зависимость среднего размера элементов структуры от температуры отжига: ● – чистый Ni; ▲ – сплав Ni-2Cr; закрашенные маркеры соответствуют деформации, при которой запасенная энергия максимальна, согласно данным ДСК
Fig. 7. Dependence of average size of structural elements on annealing temperature: ● – pure Ni; ▲ – Ni-2Cr alloy; filled markers correspond to the deformation when the stored energy is maximum according to DSC data

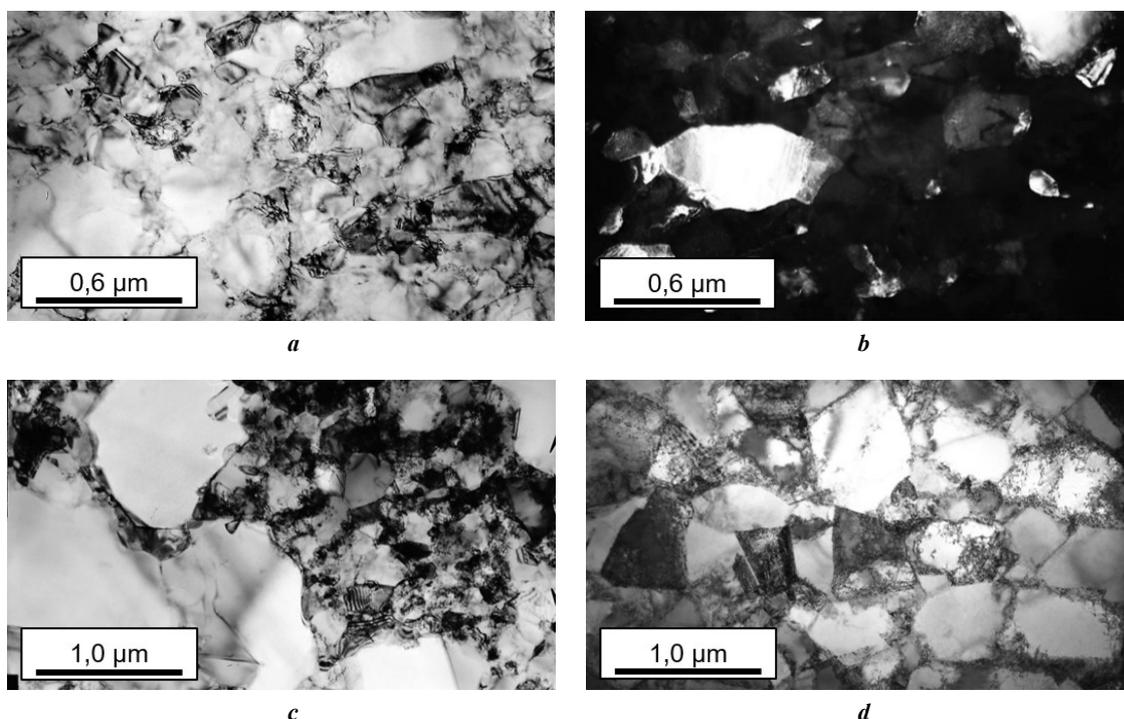


Рис. 8. Микроструктура сплава Ni-2Cr после деформации и последующего отжига при 200 (a, b) и 300 °С (c, d):
a – светлопольное изображение, $\epsilon=8,5$; b – темнопольное изображение, $\epsilon=8,5$;
c – светлопольное изображение, $\epsilon=9,3$; d – светлопольное изображение, $\epsilon=8,5$
Fig. 8. Microstructure of the Ni-2Cr alloy after deformation and subsequent annealing at 200 (a, b) and 300 °С (c, d):
a – bright-field image, $\epsilon=8.5$; b – dark-field image, $\epsilon=8.5$; c – bright-field image, $\epsilon=9.3$; d – bright-field image, $\epsilon=8.5$

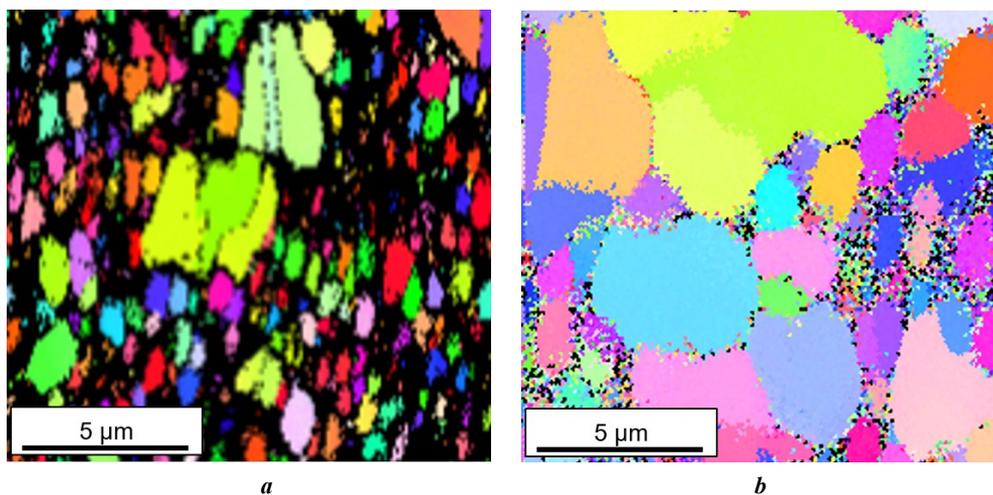


Рис. 9. Ориентационная карта в цветах обратной полюсной фигуры сплава Ni–2Cr после деформации и последующего отжига при 300 °C: **a** – $e=8,5$; **b** – $e=9,3$
Fig. 9. Orientation map in colours of the inverse pole figure of the Ni–2Cr alloy after deformation and subsequent annealing at 300 °C: **a** – $e=8.5$; **b** – $e=9.3$

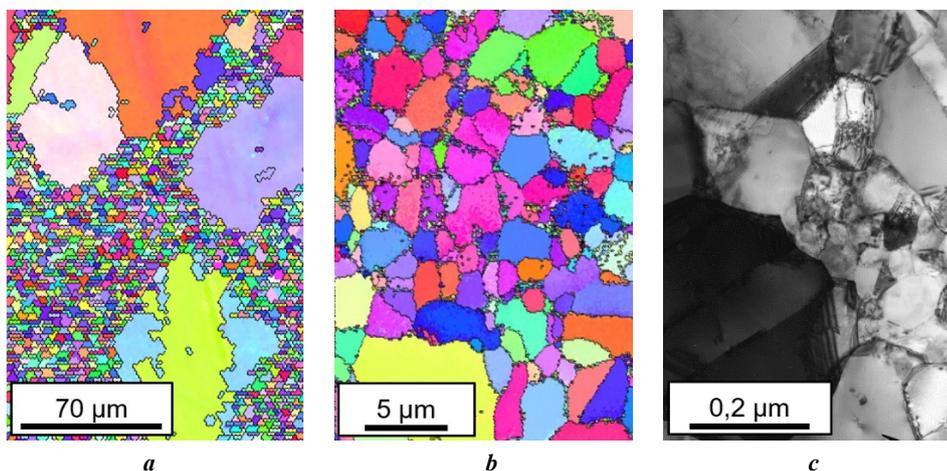


Рис. 10. Ориентационная карта в цветах обратной полюсной фигуры и тонкая структура сплава Ni–2Cr после деформации и последующего отжига при 400 °C: **a** – $e=9,3$; **b**, **c** – $e=8,5$; **a**, **b** – СЭМ; **c** – ПЭМ
Fig. 10. Orientation map in colours of the inverse pole figure and fine structure of the Ni–2Cr alloy after deformation and subsequent annealing at 400 °C: **a** – $e=9.3$; **b**, **c** – $e=8.5$; **a**, **b** – SEM; **c** – TEM

Повышение температуры отжига до 400 °C увеличивает размерную неоднородность структуры сплава с 2 % Cr, деформированного как на 5, так и на 10 оборотов наковальни (рис. 10), наряду с крупными зернами наблюдаются мелкие кристаллиты. Видно, что после деформации на 10 оборотов и отжига при 400 °C появились отдельные крупные зерна размером более 50 мкм (рис. 10 а), средний размер зерна составляет примерно 8 мкм. После деформации на 5 оборотов и отжига при 400 °C также наблюдаются относительно крупные зерна размером до 8 мкм и небольшие области нерекристаллизованной структуры (рис. 10 б, 10 с), но средний размер зерна в несколько раз меньше – 2,5 мкм. Таким образом, в данном сплаве первичная рекристаллизация не завершается и при 400 °C. Для сплава Ni–2Cr зависимости среднего размера элементов

структуры от температуры отжига, полученные методами СЭМ и ПЭМ, приведены на рис. 7.

ОБСУЖДЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ

Деформация чистого никеля на стадии СМК-структуры не приводит к изменению твердости (рис. 1). При этом размеры элементов структуры никеля также сохраняются постоянными (рис. 4), а калориметрические исследования показывают снижение запасенной энергии деформации (рис. 5). На основании этих результатов можно заключить, что в никеле, деформируемом СПД на стадии СМК-структуры, доминирующим структурообразующим процессом является динамический возврат. Это согласуется с данными, известными из литературы [23].

Результаты работы подтвердили, что легирование небольшим количеством хрома не вызвало изменения механизма деформации, который наблюдается, например, в сплаве Ni–20Cr [24]. В настоящей работе удалось выявить влияние твердорастворного упрочнения на формирование структуры исследованных материалов при деформации и последующем отжиге. В сплаве Ni–2Cr достижение СМК-структуры происходит при значительно более высокой истинной деформации ($\epsilon=8,5$), чем в чистом Ni ($\epsilon=5$). При этом деформация на стадии СМК-структуры не приводит к стабилизации значения твердости сплава, однако средний размер элементов СМК-структуры, как и в никеле, не изменяется (рис. 1 и 2). Несмотря на стабилизацию размеров в Ni–2Cr, согласно калориметрическим исследованиям, запасенная энергия изменяется: растет до $\epsilon=9,3$ (10 оборотов наковальни), а затем снижается. Следовательно, структура продолжает меняться. Снижение запасенной энергии деформации на стадии СМК-структуры свидетельствует о протекании динамического возврата в сплаве (рис. 5). Однако рост твердости показывает, что в этом случае динамический возврат не является доминирующим процессом.

Отжиг СМК-никеля показал, что рекристаллизация начинается при 150 °С (рис. 6 а) и протекает как рост отдельных центров. Это приводит к сильной разнотекстурности: небольшое количество крупных зерен находится в мелкозернистой матрице. Рекристаллизация завершается при 200 °С (рис. 6 б). После отжига при 300 °С наблюдается уменьшение среднего размера рекристаллизованных зерен (рис. 6 с). Похожий эффект был зафиксирован в работе [15] в результате отжига СМК-структуры железа. В последнем случае уменьшение размеров было связано с появлением термически активированных зародышей рекристаллизации. Дальнейшее увеличение температуры отжига никеля показывает тенденцию к огрублению зеренной структуры (рис. 6 д).

Легирование никеля 2 ат. % хрома повышает температуру начала рекристаллизации с 150 до 200 °С, а температуру начала интенсивного роста зерна – с 150 до 300 °С (рис. 7 и 8). Поэтому можно заключить, что твердорастворное упрочнение повысило термическую стабильность СМК-структуры. Так же как и в Ni, в сплаве Ni–2Cr рекристаллизация протекает по механизму опережающего роста отдельных центров, что не позволяет получить однородную субмикроструктурную структуру, как, например, в железе [14; 15]. Температуру окончания рекристаллизации в сплаве Ni–2Cr в данной работе зафиксировать не удалось.

В чистом никеле изменение запасенной энергии деформации на стадии СМК-структуры не влияет на рекристаллизацию, тогда как в Ni–2Cr запасенная энергия деформации влияет на размер рекристаллизованного зерна: большей запасенной энергии соответствует больший размер рекристаллизованного зерна (рис. 7).

ВЫВОДЫ

1. При деформации методом «сдвиг под давлением» в сплаве Ni–2Cr, в отличие от чистого никеля, наблюдается непрерывный рост твердости во всем исследованном интервале деформации. Легирование хромом зна-

чительно сдерживает переход на стадию СМК-структуры: в сплаве Ni–2Cr переход на стадию субмикроструктурной структуры происходит при истинной деформации $\epsilon=8,5\pm 0,3$ – более высокой, чем для чистого никеля ($\epsilon=5,3$).

2. Легирование никеля хромом в количестве 2 ат. % не приводит к увеличению дисперсности субмикроструктурной структуры, в обоих случаях после деформации с $\epsilon=9$ размер микроструктурных элементов составляет $(0,14\pm 0,01)$ мкм.

3. Легирование хромом оказывает влияние на температуру рекристаллизации никеля. Температура начала рекристаллизации никеля с субмикроструктурной структурой составляет 150 °С, а сплава Ni–2Cr – 200 °С. Температура начала интенсивного роста зерна увеличивается со 150 °С в чистом никеле до 300 °С в сплаве Ni–2Cr.

4. В сплаве Ni–2Cr предварительная деформация методом «сдвиг под давлением» и запасенная при этом энергия влияют на размер рекристаллизованного зерна. В результате отжига сплава Ni–2Cr, в котором в ходе деформации была накоплена максимальная энергия, наблюдается наибольшее рекристаллизованное зерно, а также высокая размерная неоднородность структуры, тогда как в чистом никеле зависимость не обнаружена.

5. В обоих исследованных материалах рекристаллизация субмикроструктурной структуры протекает путем опережающего роста отдельных центров. Это делает невозможным получение однородной по размеру субмикроструктурной рекристаллизованной структуры.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation // *Progress in Materials Science*. 2000. Vol. 45. № 2. P. 103–189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](https://doi.org/10.1016/S0079-6425(99)00007-9).
2. Valiev R.Z., Estrin Yu., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Yuntian. Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later // *JOM*. 2016. Vol. 68. P. 1216–1226. DOI: [10.1007/s11837-016-1820-6](https://doi.org/10.1007/s11837-016-1820-6).
3. Cao Yang, Ni Song, Liao Xiaozhou, Song Min, Zhu Yuntian. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation // *Materials Science and Engineering: R: Reports*. 2018. Vol. 133. P. 1–59. DOI: [10.1016/j.mser.2018.06.001](https://doi.org/10.1016/j.mser.2018.06.001).
4. Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties // *Annual Review of Materials Research*. 2022. Vol. 52. P. 357–382. DOI: [10.1146/annurev-matsci-081720-123248](https://doi.org/10.1146/annurev-matsci-081720-123248).
5. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using High-Pressure Torsion for Metal Processing: Fundamentals and Applications // *Progress in Materials Science*. 2008. Vol. 53. № 6. P. 893–979. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2008.03.002](https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2008.03.002).
6. Degtyarev M., Chashchukhina T., Voronova L., Gaponseva T., Levit V. Evolution of microstructure and microtexture upon recrystallization of submicrocrystalline niobium // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2020. Vol. 86. Article number 105117. DOI: [10.1016/j.ijrmhm.2019.105117](https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2019.105117).

7. Смирнова Н.А., Левит В.И., Пилюгин В.П., Кузнецов Р.И., Давыдова Л.С., Сазонова В.А. Эволюция структуры ГЦК монокристаллов при больших пластических деформациях // *Физика металлов и металловедение*. 1986. Т. 61. № 6. С. 1170–1177. EDN: [UCKEJT](#).
8. Гапонцева Т.М., Дегтярев М.В., Пилюгин П.В., Чашухина Т.И., Воронова Л.М., Пацелов А.М. Влияние температуры деформации в наковальнях Бриджмена и исходной ориентировки на эволюцию структуры монокристаллического ниобия // *Физика металлов и металловедение*. 2016. Т. 117. № 4. С. 349–361. DOI: [10.7868/S0015323016040069](#).
9. Voronova L.M., Chashchukhina T.I., Gapontseva T.M., Patselov A.M., Pilyugin V.P., Degtyarev M.V. Effect of single-crystal orientation on the molybdenum structure and hardness upon high pressure torsion // *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*. 2022. Vol. 103. Article number 105754. DOI: [10.1016/j.ijrmhm.2021.105754](#).
10. Чувильдеев В.Н., Копылов В.И., Нохрин А.В., Макаров И.М., Грязнов М.Ю. Рекристаллизация в микроструктурных меди и никеле, полученных методами РКУ-прессования. III. Аномальный рост зерен. Модель // *Физика металлов и металловедение*. 2004. Т. 97. № 1. С. 3–8. EDN: [OXKNZJ](#).
11. Zhou Xin, Li Xiuyan, Lu Ke. Stabilizing nanograins in metals with grain boundary relaxation // *Scripta Materialia*. 2020. Vol. 187. P. 345–349. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.06.047](#).
12. Zhou Xin, Li Xiuyan, Lu Ke. 70 nm: The most unstable grain size in Cu prepared by surface mechanical grinding treatment // *Nano Materials Science*. 2020. Vol. 2. № 1. P. 32–38. DOI: [10.1016/j.nanoms.2020.01.001](#).
13. Zhou Xin, Li Xiuyan, Lu Ke. Enhanced thermal stability of nanograined metals below a critical grain size // *Science*. 2018. Vol. 360. № 6388. P. 526–530. DOI: [10.1126/science.aar6941](#).
14. Дегтярев М.В., Воронова Л.М., Губернаторов В.В., Чашухина Т.И. О термической стабильности микроструктурной структуры в однофазных металлических материалах // *Доклады Академии наук*. 2002. Т. 386. № 2. С. 180–183. EDN: [MPLCLS](#).
15. Воронова Л.М., Дегтярев М.В., Чашухина Т.И. Рекристаллизация ультрадисперсной структуры чистого железа, сформированной на разных стадиях деформационного наклепа // *Физика металлов и металловедение*. 2007. Т. 104. № 3. С. 275–286. EDN: [IASANZ](#).
16. Guo X.K., Luo Z.P., Li X.Y., Lu K. Plastic deformation induced extremely fine nano-grains in nickel // *Materials Science and Engineering: A*. 2021. Vol. 802. Article number 140664. DOI: [10.1016/j.msea.2020.140664](#).
17. Макаров А.В., Коршунов Л.Г. Металлофизические основы наноструктурирующей фрикционной обработки сталей // *Физика металлов и металловедение*. 2019. Т. 120. № 3. С. 327–336. DOI: [10.1134/S0015323018120124](#).
18. Haessner F. *Recrystallization of Metallic Materials*. Stuttgart: Riederer-Verlag, 1978. 293 p.
19. Дегтярев М.В., Пилюгин В.П., Чашухина Т.И., Воронова Л.М. Структура железа, деформированного кручением под давлением при 250°C // *Физика металлов и металловедение*. 2019. Т. 120. № 12. С. 1292–1298. DOI: [10.1134/S0015323019120040](#).
20. Трефилов В.И., Моисеев В.Ф., Печковский Э.П., Горная И.Д., Васильев А.Д. Деформационное упрочнение и разрушение поликристаллических металлов. Киев: Наукова думка, 1987. 248 с.
21. Lee Seungwon, Horita Z. High-Pressure Torsion for Pure Chromium and Niobium // *Materials Transactions*. 2012. Vol. 53. № 1. P. 38–45. DOI: [10.2320/matertrans.MD201131](#).
22. Zhang Yubin, Mishin O.V. Stored energy and recrystallized microstructures in nickel processed by accumulative roll bonding to different strains // *Materials Characterization*. 2017. Vol. 129. P. 323–328. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.05.024](#).
23. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement // *Acta Materialia*. 2013. Vol. 61. № 19. P. 7035–7059. DOI: [10.1016/j.actamat.2013.08.018](#).
24. Dudova N., Belyakov A., Kaibyshev R. Recrystallization behavior of a Ni–20%Cr alloy subjected to severe plastic deformation // *Materials Science and Engineering: A*. 2012. Vol. 543. P. 164–172. DOI: [10.1016/j.msea.2012.02.067](#).

REFERENCES

1. Valiev R.Z., Islamgaliev R.K., Alexandrov I.V. Bulk Nanostructured Materials from Severe Plastic Deformation. *Progress in Materials Science*, 2000, vol. 45, no. 2, pp. 103–189. DOI: [10.1016/S0079-6425\(99\)00007-9](#).
2. Valiev R.Z., Estrin Yu., Horita Z., Langdon T.G., Zehetbauer M.J., Zhu Yuntian. Producing Bulk Ultrafine-Grained Materials by Severe Plastic Deformation: Ten Years Later. *JOM*, 2016, vol. 68, pp. 1216–1226. DOI: [10.1007/s11837-016-1820-6](#).
3. Cao Yang, Ni Song, Liao Xiaozhou, Song Min, Zhu Yuntian. Structural evolutions of metallic materials processed by severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 2018, vol. 133, pp. 1–59. DOI: [10.1016/j.mser.2018.06.001](#).
4. Valiev R.Z., Straumal B., Langdon T.G. Using Severe Plastic Deformation to Produce Nanostructured Materials with Superior Properties. *Annual Review of Materials Research*, 2022, vol. 52, pp. 357–382. DOI: [10.1146/annurev-matsci-081720-123248](#).
5. Zhilyaev A.P., Langdon T.G. Using High-Pressure Torsion for Metal Processing: Fundamentals and Applications. *Progress in Materials Science*, 2008, vol. 53, no. 6, pp. 893–979. DOI: [10.1016/j.pmatsci.2008.03.002](#).
6. Degtyarev M., Chashchukhina T., Voronova L., Gapontseva T., Levit V. Evolution of microstructure and microtexture upon recrystallization of submicrocrystalline niobium. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2020, vol. 86, article number 105117. DOI: [10.1016/j.ijrmhm.2019.105117](#).
7. Smirnova N.A., Levit V.I., Pilyugin V.P., Kuznetsov R.I., Davydova L.S., Sazonova V.A. Evolution of the structure of F.C.C. single crystals under high plastic deformations. *Fizika metallov i metallovedenie*, 1986, vol. 61, no. 6, pp. 1170–1177. EDN: [UCKEJT](#).

8. Gapontseva T.M., Degtyarev M.V., Pilyugin V.P., Chashchukhina T.I., Voronova L.M., Patselov A.M. Effect of temperature of HPT deformation and the initial orientation on the structural evolution in single-crystal niobium. *The Physics of Metals and Metallography*, 2016, vol. 117, no. 4, pp. 336–347. DOI: [10.1134/S0031918X16040062](https://doi.org/10.1134/S0031918X16040062).
9. Voronova L.M., Chashchukhina T.I., Gapontseva T.M., Patselov A.M., Pilyugin V.P., Degtyarev M.V. Effect of single-crystal orientation on the molybdenum structure and hardness upon high pressure torsion. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2022, vol. 103, article number 105754. DOI: [10.1016/j.ijrmhm.2021.105754](https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2021.105754).
10. Chuvildeev V.N., Kopylov V.I., Nokhrin A.V., Makarov I.M., Gryaznov M.Yu. Recrystallization in microcrystalline copper and nickel produced by equal-channel angular pressing: III. Abnormal grain growth: a model. *The Physics of Metals and Metallography*, 2004, vol. 97, no. 1, pp. 1–6. EDN: [LIRFML](https://www.edn.ru/LIRFML).
11. Zhou Xin, Li Xiuyan, Lu Ke. Stabilizing nanograins in metals with grain boundary relaxation. *Scripta Materialia*, 2020, vol. 187, pp. 345–349. DOI: [10.1016/j.scriptamat.2020.06.047](https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2020.06.047).
12. Zhou Xin, Li Xiuyan, Lu Ke. 70 nm: The most unstable grain size in Cu prepared by surface mechanical grinding treatment. *Nano Materials Science*, 2020, vol. 2, no. 1, pp. 32–38. DOI: [10.1016/j.nanoms.2020.01.001](https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2020.01.001).
13. Zhou Xin, Li Xiuyan, Lu Ke. Enhanced thermal stability of nanograined metals below a critical grain size. *Science*, 2018, vol. 360, no. 6388, pp. 526–530. DOI: [10.1126/science.aar6941](https://doi.org/10.1126/science.aar6941).
14. Degtyarev M.V., Voronova L.M., Gubernatorov V.V., Chashchukhina T.I. On the thermal stability of the microcrystalline structure in single-phase metallic materials. *Doklady Physics*, 2002, vol. 47, no. 9, pp. 647–650. DOI: [10.1134/1.1512627](https://doi.org/10.1134/1.1512627).
15. Voronova L.M., Degtyarev M.V., Chashchukhina T.I. Recrystallization of the ultradispersed structure of pure iron formed at different stages of the deformation-induced strain hardening. *The Physics of Metals and Metallography*, 2007, vol. 104, no. 3, pp. 262–273. DOI: [10.1134/S0031918X07090086](https://doi.org/10.1134/S0031918X07090086).
16. Guo X.K., Luo Z.P., Li X.Y., Lu K. Plastic deformation induced extremely fine nano-grains in nickel. *Materials Science and Engineering: A*, 2021, vol. 802, article number 140664. DOI: [10.1016/j.msea.2020.140664](https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140664).
17. Makarov A.V., Korshunov L.G. Metallophysical foundations of nanostructuring frictional treatment of steels. *The Physics of Metals and Metallography*, 2019, vol. 120, no. 3, pp. 303–311. DOI: [10.1134/S0031918X18120128](https://doi.org/10.1134/S0031918X18120128).
18. Haessner F. *Recrystallization of Metallic Materials*. Stuttgart, Riederer-Verlag Publ., 1978. 293 p.
19. Degtyarev M.V., Pilyugin V.P., Chashchukhina T.I., Voronova L.M. Structure of iron deformed at 250°C by torsion under a pressure. *The Physics of Metals and Metallography*, 2019, vol. 120, no. 12, pp. 1193–1199. DOI: [10.1134/S0031918X19120044](https://doi.org/10.1134/S0031918X19120044).
20. Trefilov V.I., Moiseev V.F., Pechkovskiy E.P., Gornaya I.D., Vasilev A.D. *Deformatsionnoe uprochnenie i razrushenie polikristallicheskih metallov* [Work Hardening and Fracture of Polycrystalline Metals]. Kiev, Naukova dumka Publ., 1987. 248 p.
21. Lee Seungwon, Horita Z. High-Pressure Torsion for Pure Chromium and Niobium. *Materials Transactions*, 2012, vol. 53, no. 1, pp. 38–45. DOI: [10.2320/matertrans.MD201131](https://doi.org/10.2320/matertrans.MD201131).
22. Zhang Yubin, Mishin O.V. Stored energy and recrystallized microstructures in nickel processed by accumulative roll bonding to different strains. *Materials Characterization*, 2017, vol. 129, pp. 323–328. DOI: [10.1016/j.matchar.2017.05.024](https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.05.024).
23. Langdon T.G. Twenty-five years of ultrafine-grained materials: Achieving exceptional properties through grain refinement. *Acta Materialia*, 2013, vol. 61, no. 19, pp. 7035–7059. DOI: [10.1016/j.actamat.2013.08.018](https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.08.018).
24. Dudova N., Belyakov A., Kaibyshev R. Recrystallization behavior of a Ni–20%Cr alloy subjected to severe plastic deformation. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, vol. 543, pp. 164–172. DOI: [10.1016/j.msea.2012.02.067](https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.02.067).

Thermal stability of a submicrocrystalline structure formed by high-pressure torsion in Ni and Ni–2 % Cr alloy

© 2023

Konstantin Yu. Karamyshev, engineer of the Laboratory of Precision Alloys and Intermetallic Compounds
M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the Ural Branch of RAS, Yekaterinburg (Russia)

E-mail: karamyshev.imp@mail.ru

ORCID: <https://orcid.org/0009-0000-1752-2284>

Received 23.06.2023

Accepted 21.11.2023

Abstract: The main problem of submicrocrystalline (SMC) materials formed as a result of severe plastic deformation is their thermal stability. The large stored energy and the formation of strongly disordered microcrystallites in the structure lead to a decrease in the recrystallization onset temperature and, therefore, possibly decrease the structure stability. In the work, severe plastic deformation by high-pressure torsion and annealing of pure nickel and an alloy containing 2 at. % chromium were carried out. The structure of both deformed and annealed material was studied by scanning and transmission electron microscopy. The dependence of hardness on the square root of true strain and structure evolution were analyzed to identify the boundaries of the stages of structural states. The energy stored during deformation was estimated using differential scanning calorimetry by the amount of absorbed heat energy. The author studied the behaviour

of materials during annealing depending on the stored strain energy at the SMC structure stage. Three stages of structural states were identified in pure nickel: cellular, mixed, and SMC structure, while in the alloy containing 2 at. % chromium, a cellular structure stage was not detected. A decrease in the stored strain energy was found at the stage of the SMC structure for both materials. Alloying nickel with 2 at. % chromium increases its thermal stability, which increases the temperature when the grain growth becomes intensive by 150 °C. The amount of stored strain energy affects grain growth in the alloy containing 2 at. % chromium, whereas in pure nickel no effect was detected. In the Ni–Cr alloy, greater stored energy corresponds to larger recrystallized grain size.

Keywords: nickel; Ni–Cr alloy; high-pressure torsion; submicrocrystalline structure; stored strain energy.

Acknowledgements: The work was carried out within the state assignment of the Ministry of Education and Science of Russia (topic “Pressure”, No. 122021000032-5).

The author expresses gratitude to the employees of M.N. Mikheev Institute of Metal Physics of the UB of RAS: V.P. Pilyugin, PhD (Physics and Mathematics), Head of the High Pressure Physics Laboratory, for carrying out the deformation, and M.V. Degtyarev, Doctor of Sciences (Engineering), Head of the Department of Precision Metallurgy and Pressure Processing Technologies, for discussion of the results.

The research was carried out using the equipment of the Collaborative Access Center “Testing Center of Nanotechnology and Advanced Materials” of the IMP UB RAS.

The paper was written on the reports of the participants of the XI International School of Physical Materials Science (SPM-2023), Togliatti, September 11–15, 2023.

For citation: Karamyshev K.Yu. Thermal stability of a submicrocrystalline structure formed by high-pressure torsion in Ni and Ni–2 % Cr alloy. *Frontier Materials & Technologies*, 2023, no. 4, pp. 41–51. DOI: 10.18323/2782-4039-2023-4-66-4.